



① 日本国特許庁

公開特許公報

特 許 願

昭和 49 年 10 月 25 日

特許庁長官 斎藤 英 雄 殿

1. 発明の名称 液体クロマトグラフの検出器
2. 発 明 者
住 所 東京都八王子市石川町 2967 番地の 5
日 本 分 光 工 業 株 式 有 限 公 司
氏 名 平 垣 茂 穂
3. 特許出願人 郵便番号 192
住 所 東京都八王子市石川町 2967 番地の 5
名 称 日 本 分 光 工 業 株 式 有 限 公 司
代表取締役 宮 崎 直

添附書類の目録

- (1) 明 細 書 1 通
- (2) 図 面 1 通
- (3) 発願審査請求書 1 通

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフの検出器

2. 特許請求の範囲

液体クロマトグラフで分離された試料を移動相とともに気化した後、水素ガスと混合し、空気が供給されるバーナー部で燃焼し、発生する赤外線スペクトルの波長分布、及び（又は）スペクトル強度の変化を検出、記録することを特徴とする液体クロマトグラフの検出器。

3. 発明の詳細な説明

本発明は液体クロマトグラフの検出器に関するもので、液体クロマトグラフで分離された試料の赤外線スペクトルの波長分布、及び（又は）スペクトル強度の変化を高感度に検出、記録することを目的とするものである。

ガスクロマトグラフの検出器に水素炎イオン検出器（以下 F・I・D 検出器と称す。）が用いられていることは周知の如くである。

該 F・I・D 検出器の原理図を第 1 図に示し説明

① 特開昭 51-49792

④ 公開日 昭 51. (1976) 4.30

② 特願昭 49-123645

② 出願日 昭 49. (1974) 10.25

審査請求 未請求 (全 3 頁)

庁内整理番号

6928 24
6928 24
7363 24

⑤ 日本分類

113 F2
113 F124
113 C12

⑥ Int. Cl²

G01N 27/62
G01N 31/08

する。

ガスクロマトグラフのカラムを通過したヘリウム、又はテトラ素等のキャリアガス中に存在する有機物試料を水素ガスと混合して、空気中で燃焼させ、その際生じた、炎の抵抗値の変化がキャリアガス中に存在する有機物と比例関係を有することを利用してクロマトグラムを測定するものである。

第 2 図は上述 F・I・D 検出器を応用して、炎 2 の特定の発光波長をフィルター 8 で選択して、光強度を測定し、クロマトグラムを得るものである。

しかし、液体クロマトグラフの場合は、キャリアがバッファー溶液、すなわち、メタノール、イソオクタン、クロロホルム等の溶液が使用され、上述のガスクロマトグラフの様な方法で水素炎イオン検出法を用いることは不可能である。

その為、キャリア溶液を蒸発させ、残った成分のみを F・I・D 検出器に導く等の工夫がなされ

ているが、装置、操作等が複雑で、且つ、試料収量が悪い為ガスクロマトグラフの場合の様に高感度^にに測定することが出来なかつた。

従つて本発明の目的は上述諸欠点を除去することであり、液体クロマトグラフで分離された試料の赤外線スペクトルの波長分布、及び(又は)スペクトル強度の変化を高感度に検出、記録することである。

すなわち、液体クロマトグラフで分離された試料を移動相とともに気化した後、水素ガスと混合し、空気が供給されるバーナー部で燃焼し、発生する赤外線スペクトルの波長分布、及び(又は)スペクトル強度の変化を検出、記録することであり、実施例図面第3図、第4図について詳細に説明すると次の通りである。

第3図において、液体クロマトグラフで分離された試料とキャリア溶液は蒸発器20で気化した後、混合器21で水素ガスと混合される。混合されたガスは空気が供給されるバーナー部22で燃焼される。バーナー部22には側面に

〜5 μmの波長で大きな発光をしている。

この様に炎の赤外線スペクトルはその物質により特長的であり、それぞれの物質の炎の赤外線に合致した、波長を選択、検出すれば液体クロマトグラフの検出器として有用である。

又、液体クロマトグラフで分離された試料はキャリア溶液とともに全て燃焼されるため小さなピークであつても高感度に検出することができる。

従つて以上に述べた如く、液体クロマトグラフで分離された試料を全て利用するため、高感度に測定することができ、又装置も非常に単純、簡易であり、複雑な測定操作を大幅に省略することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図は従来例を示す側面ブロック図、第3図、第4図(イ)、(ロ)は本発明の実施例を示すもので、第3図は側面ブロック図、第4図(イ)、(ロ)は赤外線スペクトルを示すものである。

1 : 電源 2 : 炎 3 : 電 極

赤外線透過窓23が設けられており、前記バーナー部22で燃焼された際、発生する赤外線を波長選択的に分光器24に導く。そして、分光器24で波長分散し、任意の光束が検知器25で光電変換される。光電変換された信号は増幅器26で増幅し、記録計27で記録する。

この分光器24は、干渉フィルター、又は干渉計を用いてもよい。

液体クロマトグラフで分離された試料を連続的に流通、燃焼させ、選択波長を固定して、連続的に記録すれば赤外線スペクトル強度のクロマトグラムを得ることができる。一方、燃焼された試料の赤外線発光を高速に波長走査すれば、分離試料、個々の赤外線スペクトルの波長分布を得ることができる。

次に第4図(イ)(ロ)は各種炎の赤外線放射率の違いを示した赤外線スペクトルの一例である。

第4図(イ)は水素炎のものであり、2〜3 μmの波長で大きな発光をしている。

第4図(ロ)はプロパンガス炎のものであり、4

- | | |
|--------------|-----------------|
| 4 : 検出部 | 5, 10, 26 : 増幅器 |
| 6 : モーター | 7, 22 : バーナー部 |
| 8 : フィルター | 9, 25 : 検知器 |
| 11, 27 : 記録計 | 20 : 蒸発器 |
| 21 : 混合器 | 23 : 赤外線透過窓 |
| 24 : 分光器 | |

特許出願人 日本分光工業株式会社



A DOCPHOENIX

APPL PARTS

IMIS
Internal Misc. Paper
LET
Misc. Incoming Letter

371P
PCT Papers in a 371 Application

A...
Amendment Including Elections

ABST
Abstract

ADS
Application Data Sheet

AF/D
Affidavit or Exhibit Received

APPENDIX
Appendix

ARTIFACT
Artifact

BIB
Bib Data Sheet

CLM
Claim

COMPUTER
Computer Program Listing

CRFL
All CRF Papers for Backfile

DIST
Terminal Disclaimer Filed

DRW
Drawings

FOR 5
Foreign Reference

FRPR
Foreign Priority Papers

IDS
IDS Including 1449

NPL
Non-Patent Literature

OATH
Oath or Declaration

PET
Petition

RETMAIL
Mail Returned by USPS

SEQLIST
Sequence Listing

SPEC
Specification

SPEC NO
Specification Not in English

TRNA
Transmittal New Application

CTNF
Count Non-Final

CTRS
Count Restriction

EXIN
Examiner Interview

M903
DO/EO Acceptance

M905
DO/EO Missing Requirement

NFDR
Formal Drawing Required

NOA
Notice of Allowance

PETDEC
Petition Decision

OUTGOING

CTMS
Misc. Office Action

1449
Signed 1449

892
892

ABN
Abandonment

APDEC
Board of Appeals Decision

APEA
Examiner Answer

CTAV
Count Advisory Action

CTEQ
Count Ex parte Quayle

CTFR
Count Final Rejection

INCOMING

AP.B
Appeal Brief

C.AD
Change of Address

N/AP
Notice of Appeal

PA..
Change in Power of Attorney

REM
Applicant Remarks in Amendment

XT/
Extension of Time filed separate

Internal

SRNT
Examiner Search Notes

CLMPTO
PTO Prepared Complete Claim Set

ECBOX
Evidence Copy Box Identification

WCLM
Claim Worksheet

WFEE
Fee Worksheet

File Wrapper

FWCLM
File Wrapper Claim

IIFW
File Wrapper Issue Information

SRFW
File Wrapper Search Info